

**(54) INSPECTING METHOD**

(11) 4-95831 (A) (43) 27.3.1992 (19) JP  
 (21) Appl. No. 2-212935 (22) 10.8.1990  
 (71) TOYOCO CO LTD (72) SATOSHI MAEDA(5)  
 (51) Int. Cl<sup>5</sup>. G01J3/50, D06H3/08

**PURPOSE:** To separate and detect the color difference and structural distribution from the reference chromaticity coordinates of an object to be inspected by detecting the ratio of a part where the light is pervious to a part where the light is not pervious from the direction of the additive color mixture locus and detecting the color difference from the deviation in two directions other than the direction of the additive color mixture locus.

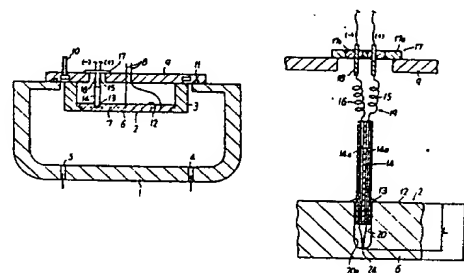
**CONSTITUTION:** An object to be inspected is subjected to chromatography on an achromatic background having virtually the equal transparency as the reference chromaticity coordinates of the object. Then, the color deviation from the chromaticity coordinates predicted through additive color mixture of the background color and a reference color when a reference part of the object having the reference chromaticity coordinates is put on the background of the obtained chromaticity coordinates is decomposed into a direction of the additive color mixture locus connecting an achromatic color point and a point of the reference chromaticity coordinates on a plane of the equal transparency including the point of the reference chromaticity coordinates within a three-dimensional space of the chromaticity coordinates, a direction vertical to the additive color mixture locus on a plane of the equal transparency and a direction vertical to the plane of the equal transparency. Accordingly, the ratio of a part where the light is pervious to a part where the light is not pervious is detected from the additive color mixture locus direction, and the color difference can be detected from the deviation in the other two directions.

**(54) MEASURING APPARATUS OF TEMPERATURE OF NON-METALLIC INORGANIC MEMBER, ITS MANUFACTURE AND HEATING APPARATUS USING THE MANUFACTURE**

(11) 4-95832 (A) (43) 27.3.1992 (19) JP  
 (21) Appl. No. 2-213674 (22) 14.8.1990  
 (71) NGK INSULATORS LTD (72) AKIHIKO YOSHIDA  
 (51) Int. Cl<sup>5</sup>. G01K7/02, G01K1/14, H05B3/20

**PURPOSE:** To correctly measure the temperature of a non-metallic inorganic member even when the gas pressure is changed by coating at least a hot junction of a thermocouple with a glass bonding layer.

**CONSTITUTION:** A thermocouple 19 is bonded to a rear surface 12 of a non-metallic inorganic heater 2. In other words, a hermetic seal 17 having an insulating seal 17b fixed to a metallic part 17a is rigidly mounted on a flange 9 of a container, and a line conductor 18 is fixed to the insulating seal 17b formed of an inorganic insulating body such as glass or the like, and a plus metallic wire 15 and a minus metallic wire 16 are fixedly connected to the end parts of the conductor 18 inside the container. On the other hand, an insulating pipe 14 is inserted into a bonding hole 20, and the metallic wires 15, 16 are inserted through two rows of through holes 14a. A hot junction 24 is at the bottom face of the hole 20. A glass bonding layer 13 is formed in a gap between the metallic wires 15, 16 and the hole 20 and in a gap between the insulating pipe 14 and the hole 20. Therefore, the hot junction 24 is completely coated, and moreover, a front end of the thermocouple 19 and the insulating pipe 14 are fixedly bonded to the heater 2. Accordingly, the temperature can be correctly measured.



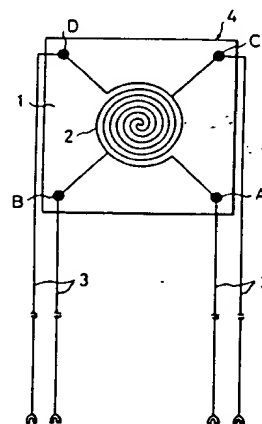
4: gas, 5: blower vacuum pump

**(54) TEMPERATURE MEASURING ELEMENT FOR CONTINUOUS BAKING FURNACE**

(11) 4-95833 (A) (43) 27.3.1992 (19) JP  
 (21) Appl. No. 2-213394 (22) 10.8.1990  
 (71) TANAKA KIKINZOKU KOGYO K.K. (72) HIROSHI YANAGIHARA  
 (51) Int. Cl<sup>5</sup>. G01K7/18, G01K7/00

**PURPOSE:** To measure the temperature characteristics in detail, e.g., temperature rise, temperature preservation, temperature fall etc. of a substrate baked with use of a continuous baking furnace by forming a resistance temperature detector of a platinum thin film on the heat-proof insulating substrate and connecting a conductive wire not shorter than the continuous baking furnace.

**CONSTITUTION:** For an insulating heat-proof substrate, the same kind as a substrate 1 baked in a continuous baking furnace or an insulating substrate having the approximate characteristics to the characteristics of the substrate 1, e.g., thermal conductivity or the like may be used. For instance, quartz glass etc. is used. A resistance temperature detector 2 is formed on the quartz glass substrate 1 which is 50.8mm wide, 50.8mm long and 1.0mm thick. A platinum thin film is first formed 1.0μm thick through sputtering, and a circuit is drawn and etched through photoresist, whereby the temperature detector 2 consisting of a circuit having 50μm wire width is obtained. Thereafter, a chromel wire 3 with the diameter of 0.1mm is connected to each of the four terminals A-D of the detector 2 of the platinum thin film, thereby constituting a temperature measuring device 4. When the device 4 is mounted onto a conveyor of a continuous baking furnace, the temperature change of the substrate 1, i.e., temperature rise, temperature preservation, temperature fall or the like can be measured in detail.



⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A) 平4-95832

⑬ Int. Cl.<sup>8</sup>

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 平成4年(1992)3月27日

G 01 K 7/02  
1/14

A  
L

7267-2F  
7267-2F  
7267-2F  
7103-3K

H 05 B 3/20

3 5 6

審査請求 未請求 請求項の数 10 (全9頁)

⑯ 発明の名称 非金属無機質部材の温度測定装置、その製造方法及びこれを利用した加熱装置

⑰ 特 願 平2-213674

⑱ 出 願 平2(1990)8月14日

⑲ 発 明 者 吉 田 昭 彦 愛知県岩倉市中本町西出口47番地の8

⑳ 出 願 人 日本碍子株式会社 愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号

㉑ 代 理 人 弁理士 杉村 暁秀 外5名

明 細 書

1. 発明の名称 非金属無機質部材の温度測定装置、その製造方法及びこれを利用した加熱装置

2. 特許請求の範囲

1. 圧力が変化する容器の内部に配置された非金属無機質部材の温度測定装置であって、  
前記容器の内部に固定された熱電対；及び  
前記熱電対の少なくとも熱接点を被覆し、  
この熱電対を前記非金属無機質部材へ接合するガラス接合層  
を有する、非金属無機質部材の温度測定装置。
2. 前記ガラス接合層が、ナトリウムとカリウムとをいずれも実質的に含有しないガラスからなる、請求項1記載の非金属無機質部材の温度測定装置。
3. 前記ガラスが、 $B_2O_3$ 含有量が50重量%以下の $SiO_2-B_2O_3$ 系ガラスである、請求項1記載の非金属無機質部材の温度測定装置。
4. 前記ガラスが石英ガラスである、請求項1

記載の非金属無機質部材の温度測定装置。

5. 前記ガラスがオキシナイトライドガラスである、請求項1記載の非金属無機質部材の温度測定装置。
6. 前記非金属無機質部材がセラミックスからなる、請求項1記載の非金属無機質部材の温度測定装置。
7. 前記非金属無機質部材がセラミックスヒーターである、請求項6記載の非金属無機質部材の温度測定装置。
8. 非金属無機質部材に設けられた接合用孔の底部に接合用ガラスの小片を收容する工程；及び

この接合用ガラスの小片を加熱して軟化又は溶融させ、前記接合用孔の底部へと向って働く力によって熱電対の熱接点を前記底部に位置させ、これにより少なくとも前記熱接点を被覆するガラス接合層を形成し、前記熱電対と前記非金属無機質部材とを接合する工程を有する、非金属無機質部材の温度測定装置

## の製造方法。

9. 前記熱接点を被覆するガラス接合層を形成するに際し、前記小片を前記接合用ガラスの軟化点以上の温度で保持した状態で雰囲気を減圧にする、請求項8項記載の非金属無機質部材の温度測定装置の製造方法。

## 10. 圧力が変化する容器；

抵抗発熱体が埋設され、前記容器の内部に設置された非金属無機質ヒーター；

前記容器の内部に固定された熱電対；及び

前記熱電対の少なくとも熱接点を被覆し、

その熱電対を前記非金属無機質ヒーターへ接合するガラス接合層

を有する、加熱装置。

## 3. 発明の詳細な説明

## (産業上の利用分野)

本発明は非金属無機質部材の温度測定装置、その製造方法及びこれを利用した加熱装置に関するものである。

かかること、赤外線透過窓へのCVD膜の付着により赤外線の透過が次第に妨げられ、赤外線透過窓で熱吸収が生じて窓が加熱すること等の問題があった。

## (発明に至る経過)

上記の問題を解決するため、新たに円盤状の緻密セラミックス内に抵抗発熱体を埋設し、このセラミックスヒーターをグラファイトのケースに保持した加熱装置について検討した。その結果この加熱装置は、上述のような問題点を一掃した極めて優れた装置であることが判明した。

しかし、更に研究を進める過程で、セラミックスヒーターの半導体ウエハー加熱面の温度測定に問題があることが解った。

すなわち、例えば従来の金属ヒーターでは熱電対がヒーター内部にほぼ完全に埋め込まれ、熱電対の一端はウエハー加熱面付近に位置し、熱電対の他端は容器外へと取り出されている。従って熱電対は容器内部に露出しておらず、特に誤動作を起すおそれもなかった。

## (従来の技術及びその問題点)

スーパークリーン状態を必要とする半導体製造用装置では、デポジション用ガス、エッチング用ガス、クリーニング用ガスとして塩素系ガス、弗素系ガス等の腐食性ガスが使用されている。このため、ウエハーをこれらの腐食性ガスに接触させた状態で加熱するための加熱装置として、抵抗発熱体の表面をステンレススチール、インコネル等の金属により被覆した従来のヒーターを使用すると、これらのガスの曝露によって、塩化物、酸化物、弗化物等の粒径数 $\mu\text{m}$ の、好ましくないパーティクルが発生する。

そこで、デポジション用ガス等に曝露される容器の外側に赤外線ランプを設置し、容器外壁に赤外線透過窓を設け、グラファイト等の耐食性良好な材質からなる被加熱体に赤外線を放射し、被加熱体の上面に置かれたウエハーを加熱する、間接加熱方式のウエハー加熱装置が開発されている。ところがこの方式のものは、直接加熱式のものに比較して熱損失が大きいこと、温度上昇に時間が

これに対し、上記したような円盤状セラミックスヒーターの場合には、このヒーター本体に熱電対の一端を直接取り付けが必要があった。そして、このような加熱装置は、通常の一定圧力で使用する場合には大きな問題はないが、容器の内部を圧力変化させた場合には熱電対に誤動作を生ずることがあり、正確なヒーター温度の制御が行えないという問題が生じた。

## (発明が解決しようとする課題)

本発明の課題は、ガス圧力の変動時においても正確に非金属無機質部材の温度測定を行うことができる、非金属無機質部材の温度測定装置及びその製造方法を提供することである。

更に、本発明の課題は、上記の温度測定装置を利用して非金属無機質ヒーターの温度を正確に制御できるようにした加熱装置を提供することである。

## (課題を解決するための手段)

本発明は、圧力が変化する容器の内部に配置された非金属無機質部材の温度測定装置であって、

前記容器の内部に固定された熱電対；及び  
前記熱電対の少なくとも熱接点を被覆し、この熱電対を前記非金属無機質部材へ接合するガラス接合層

を有する、非金属無機質部材の温度測定装置に係わるものである。

また、本発明は、非金属無機質部材に設けられた接合用孔の底部に接合用ガラスの薄片を収容する工程；及び

この接合用ガラスの薄片を加熱して軟化又は熔融させ、前記接合用孔の底部へと向って働く力によって熱電対の熱接点を前記底部に位置させ、これにより少なくとも前記熱接点を被覆するガラス接合層を形成し、前記熱電対と前記非金属無機質部材とを接合する工程

を有する、非金属無機質部材の温度測定装置の製造方法に係るものである。

更に、本発明は、圧力が変化する容器；

抵抗発熱体が埋設され、前記容器の内部に設置された非金属無機質ヒーター；

前記容器の内部に固定された熱電対；及び

前記熱電対の少なくとも熱接点を被覆し、その熱電対を前記非金属無機質ヒーターへ接合するガラス接合層を有する、加熱装置に係るものである。

「接合」とは、埋設の他に表面への接合をも包含するものとする。

温度測定の対象となる非金属無機質部材は一般のアルミナ、窒化珪素、サイアロン、炭化珪素、窒化アルミニウム等のセラミックス及び半導体材料であるシリコン、ガリウム、砒素及びこれらの無機物質を含有する複合物を包含する。非金属無機質部材に抵抗発熱体を埋設した場合には、窒化珪素、サイアロン、窒化アルミニウム等が好ましく、特に耐熱衝撃性の高い窒化珪素、サイアロンが好ましい。

「ナトリウムとカリウムとをいずれも実質的に含有しない」とは、ナトリウムとカリウムとをいずれも不可避的不純物としてしか含有しないことをいう。更に具体的には、不純物として混入するナトリウム、カリウムをいずれも酸化物換算で0.1

重量%以下とするのが好ましく、0.01重量%以下とするのが更に好ましい。

(実施例)

第1図において、1は半導体製造用熱CVDに使用される容器、2はその内部のケース3に取付けられたウエハー加熱用のヒーター本体であり、その大きさは例えば4～8インチとしてウエハーを設置可能なサイズとしておく。

容器1の内部にはガス供給孔4から熱CVD用のガスが供給され、吸引孔5から真空ポンプにより内部の空気が排出される。非金属無機質ヒーター2は窒化珪素のような緻密でガスタイトな非金属無機質基体6の内部に抵抗発熱体7をスパイラル状に埋設したもので、その中央及び端部のケーブル8を介して外部から電力が供給され、非金属無機質ヒーター2を例えば1100℃程度に加熱することができる。9はケース3の上面を覆う水冷ジャケット10付のフランジであり、リング11により容器1の側壁との間をシールされ、容器1の天井面を構成している。

非金属無機質ヒーター2の背面12には、熱電対19が第2図に拡大して示すように接合されている。

即ち、金属部17aにガラス、セラミックス等の無機質絶縁体からなる絶縁シール17bを固定したハーメチックシール17を、容器のフランジ9に固定し、この絶縁シール17bに線状導体18を固定し、この線状導体18の容器内側端部にそれぞれ(+)側金属線15、(-)側金属線16を接続、固定する。

一方、好ましくは窒化珪素からなり、二列の貫通孔14aを有する絶縁管14を、ヒーター背面12側に開口した接合用孔20内に挿入し、二列の貫通孔14aにそれぞれ金属線15又は16を挿通させる。熱接点24は接合用孔20の底面に位置させ、金属線15、16と接合用孔20との間隙、及び絶縁管14と接合用孔20との間隙にはガラス接合層13を形成し、熱接点24を完全に被覆すると共に、熱電対19の先端部分と絶縁管14とをヒーター2に接合、固定する。金属線15、16は、貫通孔14a内ではほぼ直線状とし、絶縁管14とハーメチックシール17との間では螺旋状に巻回させる。

本実施例に係る半導体ウエハー加熱装置又は半導体ウエハー加熱用非金属無機質ヒーターの温度測定装置によれば、以下の効果奏しうる。

- (1) 本発明者は上記した熱電対の誤動作の原因を追求した結果、特に真空中の場合、熱電対の周囲のガス分子の挙動は大気圧 $\sim 1$  torrの真空状態においては粘性流域にあるが、真空度が高まると分子流域に移行し、これに伴って熱電対の周囲における熱移動の態様が大幅に変化するため、正確な温度測定ができなくなることを知った。また粘性流域においても、大きい圧力変動による温度測定誤動差が存在することが判った。

また、一般に温度測定の対象物が金属材料である場合には、熱電対を直接ろう付けや溶接により金属ヒーターに取り付けることが可能であるが、上記のように温度測定の対象物が非金属無機質ヒーターの場合には、直接的な取り付けが不可能である。このために従来考えうる方法は、非金属無機質ヒーターの孔に熱電対を機械

的に押しつける方法だけであり、非金属無機質ヒーターとの間の熱移動は圧力変化をするガスに依存していることを知った。

この点、本実施例においては、熱電対19の熱接点24をガラス接合層13によって被覆しているため、仮に容器1の内部が圧力変動しても、熱接点24付近はこの影響を受けず、常に安定した温度検出が可能である。従って本実施例の加熱装置は、高真空度中で非金属無機質ヒーターの温度を正確に制御することができる。

- (2) 例えば、1M、4M、16Mなどの極めて高密度の半導体の製造装置に適用するには、従来は問題とならなかったような微小部位からも半導体ウエハー汚染を生じうるという問題もある。

この点、本実施例において、ガラス接合層13を、ナトリウムとカリウムとをいずれも実質的に含有しないガラスで形成したところ、高密度半導体のウエハーも汚染することなく加熱できた。

このガラスにおいては、更に不純物である

HgO、CaOの量を0.2重量%以下、更には0.01重量%以下に抑えることが好ましい。更には、アルカリ金属元素、アルカリ土類金属元素の不純物量を、いずれも0.1重量%以下、更には0.01重量%以下に抑えることが好ましい。従来よりも高密度の半導体の製造装置においては、ガラス接合層のような微小部位に存在する元素として、ナトリウム、カリウムほどではないが、これらの各元素も、半導体欠陥を引き起すような汚染の原因となりうるからである。

- (3) 熱電対19の先端部分と非金属無機質ヒーター2との接合をガラスによって行っているため、気密性が高く、またこの接合部分の耐熱性、安定性が高い。

ガラスの熱膨張率は、温度変化の耐久性の面から基材6と適合していることが望ましい。

- (4) 非金属無機質材料として窒化珪素を採用すると、ヒーターの強度が高く、窒化珪素の熱膨張率の小ささからヒーターの耐熱衝撃性も高く、高温への急熱、急冷を繰り返して行ってもヒ-

ーターが破損しない。また、窒化珪素が耐食性に優れていることから、熱CVD装置内等の腐食性ガス条件下でもヒーターの耐久性が高く、寿命が長くなる。

- (5) 本実施例の加熱装置によれば、ヒーター材料として非金属無機質材料を使用しているため、従来の金属ヒーターの場合のような汚染を防止できる。また、容器1内に設置した円盤状ヒーターで半導体ウエハーを直接加熱するので、間接加熱方式の場合のような熱効率の悪化の問題を解決できる。

- (6) 熱電対19を構成する金属線15、16は長く、応力によって折れ易い。

この点、本実施例によれば、絶縁管14とハーメチックシール17との間で螺旋状に金属線15、16を巻回させているので、ハーメチックシール17へのセッティング等の際に金属線15、16の変形の余地が大きく、金属線15、16が断線し難い。

- (7) 絶縁管14の二列の貫通孔14aにそれぞれ金属線15又は16を挿通させているので、この部分で

金属線15と16が接触し、ショートするのを防止できる。

- (8) 絶縁管14の一端を接合用孔20内に挿入し、固定してあるので、絶縁管14の端部が接合用孔20の内周面によって位置決めされるため、絶縁管14をヒーター背面12に対して垂直方向に固定するのが容易である。また、絶縁管14に図面において左右方向のモーメントが加わっても、ガラス接合層13に過大な応力が加わり難く、これによりガラス接合層にクラックが発生するのを防止できる。

- (9) 接合用孔20の深さ $l$ とセラミックヒーター2の厚さ $d$ との関係は、 $l/d$ を百分率比で10%以上とすることが好ましく、50%以上とすると更に好ましい。これにより熱接点24により検出した温度と、ウエハー加熱面の真の温度との偏差を小さくすることができる。

なお、接合用孔20が実質的に非金属無機質ヒーター2をその厚さ方向に貫通していてもよい。ここで、実質的に貫通するとは、接合用孔20の底部

20a がウエハー加熱面側にごく僅かな面積だけ点的に現れる場合も含む趣旨である。

ガラス接合層13の材質としては、 $B_2O_3$ 含有量が50重量%以下の $SiO_2$ - $B_2O_3$ 系ガラスが好ましい。 $B_2O_3$ 含有量が50重量%を越えると、接合時にクラックが発生したり、ガラスの吸湿量が多くなる傾向がある。

また、ガラス接合層13の材質として、石英ガラス、オキシナイトライドガラスが強度、耐熱衝撃性、気密性等の点で好ましい。

ウエハー加熱面は平滑面とすることが好ましく、特にウエハー加熱面にウエハーが直接セットされる場合には、平面度を500  $\mu m$  以下としてウエハーの裏面へのデポジション用ガスの侵入を防止する必要がある。

抵抗発熱体7としては、高融点でありしかも窒化珪素等との密着性に優れたタングステン、モリブデン、白金等を使用することが適当である。

第1図の例ではウエハー加熱面を下向きにしたが、ウエハー加熱面を上向きにしてもよい。

第2図の例では、ハーメチックシール17をフランジ9に溶接等によって固定するが、ハーメチックシール17を別体の固定用フランジに溶接し、この固定用フランジをフランジ9に対して接合し、固定用フランジとフランジ9との間をOリング等でシールしてもよい。

次に、ガラス接合層の形成方法について述べる。

まず、例えば窒化珪素製のヒーター2の背面12側に接合用孔20を設け、この底部20a に、接合用ガラスの小片を設置する。

この小片の上に、熱電対19の熱接点24をセットする。

次いでこの小片を加熱して小片を熔融又は軟化させ、接合用孔20の底部20a へと向って働く力によって熱接点を底部20a に位置させる。底部20a に向って働く力は、熱電対19の自重であってもよいが、好ましくは、熱電対19を下方へと押圧する。これにより、熔融又は軟化した接合用ガラスが、熱電対の先端部分と接合用孔20内周面との間に回り込む。この状態で放冷すると、熱電対の先端部

分と接合用孔20との間にガラス接合層13が形成され、両者の間が気密に接合される。

接合用ガラス小片として、熔融ガラスを急冷して粘度を調節したガラスフリットを使用することもできる。更に、ガラス接合層のガラスを結晶化させることもできる。

接合用ガラス小片を軟化又は熔融させるとき、ガラス小片の軟化点以上で雰囲気を減圧（好ましくは0.1torr 以下）とすると、ガラス接合層中に気泡が残留しないので、ガラス接合層にクラックが発生するのを防止できる。

第3図、第4図はそれぞれ他の実施例による、熱電対接合部分の拡大断面図である。第2図のものと同一機能部材には同一符号を付し、その説明は省略する。

第3図の例においては、絶縁管14を接合用孔20内へと挿入せず、接合用孔20の上にガラス接合層13で固定する。また、第4図の例においては、絶縁管14を使用せず、一対の金属線15、16をそれぞれハーメチックシール17からガラス接合層13まで

螺旋状に巻回する。

上記各例において、ウエハー加熱用非金属無機質ヒーターの形状は、円形ウエハーを均等に加熱するためには円盤状とするのが好ましいが、他の形状、例えば四角盤状、六角盤状等としてもよい。

こうしたヒーターは、プラズマエッチング装置、光エッチング装置等における加熱装置に対しても適用可能である。

また、本発明の適用対象である非金属無機質部材は、非金属無機質ヒーターには限らない。

以下、具体的な実験例について述べる。

#### 実験例1

(セラミックスヒーターと熱電対とのガラス接合及び温度測定)

第1図に示す窒化珪素製セラミックスヒーターに各種熱電対を下記ガラスにより接合した。1×10<sup>-3</sup> torrの真空容器内で接合した熱電対の測定温度により制御し、セラミックスヒーターを700℃まで加熱し、温度が一定になった時にArガスを導入し、容器内を10 torrにした時の測定温度の変化

で昇温し、昇温中に電気炉内にN<sub>2</sub>を導入し、3気圧まで加圧した。1400℃で3hr維持したのち、降温した。降温中800℃から400℃までは1℃/hrで降温し、ガラスの歪み取りを行った。

#### ガラス組成

|       |                               |       |
|-------|-------------------------------|-------|
| SB-1: | SiO <sub>2</sub>              | 80重量% |
|       | B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | 20重量% |
| SB-2: | SiO <sub>2</sub>              | 70重量% |
|       | B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | 30重量% |
| SB-3: | SiO <sub>2</sub>              | 60重量% |
|       | B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | 40重量% |
| SB-4: | SiO <sub>2</sub>              | 50重量% |
|       | B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | 50重量% |
| SB-5: | SiO <sub>2</sub>              | 40重量% |
|       | B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | 60重量% |

#### 石英ガラス (Si)

石英ガラスフリットを用意した。接合はSiO<sub>2</sub>-B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>系ガラスと同じ方法で行ったが、接合時の最高加熱温度は1600℃とした。

ΔTを測定した。接合部分の形状は第2図に従い、窒化珪素製絶縁管を用いた。結果を第1表に示す。

#### SiO<sub>2</sub>-B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>系ガラス

下記に示す各種組成を有するSiO<sub>2</sub>-B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>系ガラスを用いた。

ガラスは電子天秤により所定量を秤量し、アルミナ製乳鉢、乳棒により混合粉碎し、白金るつぼに入れ、1600℃で熔融し、熔融物を水中投下し、ガラスフリットを作製した。ガラスをより均質にするため、作製したガラスフリットをアルミナ製乳鉢、乳棒により粉碎し、白金製るつぼに入れ1600℃で再熔融し、熔融物をステンレス製型に入れて固化し、型から取り出した後、φ3mm、長さ6mmの小片に加工した。また、粉碎し、フリットも用意した。

このガラス小片を接合用孔の底に入れ、その上に熱電対を置き、フリットは孔とシースの隙間に詰め、セットした。室温で接合電気炉内を真空にし、室温から1200℃まで300℃/hrで昇温し、1200℃で1hr維持した後、1400℃まで200℃/hr

#### オキシナイトライドガラス

電子天秤により所定量秤量し、アルミナ製乳鉢、乳棒により混合粉碎し、窒化ほう素ルツボに入れ、1600℃、N<sub>2</sub>、2 atmの雰囲気中で熔融し、電気炉内で急冷しガラスを得た。窒化ほう素ルツボ中のガラスをSiO<sub>2</sub>-B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>系ガラスと同様に小片に加工し、接合した。接合は室温から1400℃まで1 atmのN<sub>2</sub>雰囲気で行った。

組成は以下の通りとした。

|       |                               |       |
|-------|-------------------------------|-------|
| ON-1: | SiO <sub>2</sub>              | 40重量% |
|       | Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | 50重量% |
|       | Al <sub>2</sub> N             | 10重量% |
| ON-2: | SiO <sub>2</sub>              | 30重量% |
|       | Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | 50重量% |
|       | Al <sub>2</sub> N             | 20重量% |

#### (熱電対)

|       |  |
|-------|--|
| PT-1: | 白金70wt%、ロジウム30wt%合金(+)-白金94wt%、ロジウム6wt%合金(-) |
| PT-2: | 白金87wt%、ロジウム13wt%合金(+)-白金(-)                 |
| PT-3: | 白金90wt%、ロジウム10wt%合金(+)-白金(-)                 |

第 1 表

| No | 熱電対  | 接合<br>ガラス | 温度変化<br>$\Delta T(^{\circ}\text{C})$ | 備 考         |
|----|------|-----------|--------------------------------------|-------------|
| 1  | PT-1 | SB-1      | < 0.2                                | ガラス小片       |
| 2  | PT-2 | SB-2      | < 0.2                                | ガラス小片       |
| 3  | PT-3 | SB-3      | < 0.2                                | ガラス小片       |
| 4  | PT-2 | SB-2      | 0.4                                  | フリット        |
| 5  | WR-1 | SB-1      | < 0.2                                | ガラス小片       |
| 6  | WR-2 | SB-2      | < 0.2                                | ガラス小片       |
| 7  | WR-2 | SB-3      | 0.3                                  | フリット        |
| 8  | WR-3 | SB-4      | < 0.2                                | ガラス小片       |
| 9  | WR-1 | SI        | < 0.2                                | ガラス小片       |
| 10 | WR-2 | ON-1      | < 0.2                                | ガラス小片       |
| 11 | WR-3 | ON-2      | < 0.2                                | ガラス小片       |
| 12 | WR-1 | SB-5      | 6.6                                  | ガラス吸湿有り     |
| 13 | —    | —         | 9.2                                  | 接合無、穴に差し入れた |

WR-1: タングステン95wt%, レニウム 5wt% 合金(+)-  
 タングステン74wt%, レニウム26wt% 合金(-)  
 WR-2: タングステン97wt%, レニウム 3wt% 合金(+)-  
 タングステン75wt%, レニウム25wt% 合金(-)  
 WR-3: タングステン90wt%, レニウム10wt% 合金(+)-  
 タングステン74wt%, レニウム26wt% 合金(-)

ここで、WR-3の(+) 側ではレニウムの量を多く  
 してあるが、これにより(+) 側の金属線の靱性が  
 高まり、折れにくくなる。

試料No 1~11では温度変化 $\Delta T$ を0.4℃以下に  
 抑えることができ、温度を一定に制御できたが、  
 比較例の試料No 13では $\Delta T$ が9.2℃と大きく、熱  
 電対でヒーター出力を制御しているため、温度が  
 一定になるまで10数分必要であった。

#### 実験例 2

実験例 1 において試料No 1 の組成のガラスを使  
 用し、不純物濃度の異なる原料からガラスを作製  
 し、窒化珪素製ヒーターに、これらのガラスを用  
 いて上記の方法に従って温度測定用熱電対WR-2を  
 接合した。このヒーターのウエハー加熱面にシリ  
 コンウエハーを置き、800℃で1時間加熱し、シ  
 リコンウエハーのヒーターに当接した側の面につ  
 いて、SIMS (二次イオン質量分析法) でNa,  
 K, Hg, Caを分析した。

その結果、酸化物換算で $\text{Na}_2\text{O}$ ,  $\text{K}_2\text{O}$  が0.2 wt%  
 ~0.5 wt% 含まれる場合は、シリコンウエハー表面  
 から内部にNa, Kの拡散が認められたが、0.01wt  
 % ~0.1 wt% では表面に僅かに検出されたものの  
 内部への拡散は見られなかった。0.01wt% 以下で

は全く検出されなかった。

同様に、酸化物換算で $\text{HgO}$ ,  $\text{CaO}$ が0.3 wt%~0.5  
 wt% 含まれる場合は、シリコンウエハー表面から内  
 部にHg, Caの拡散が認められたが、0.2 wt%~0.01  
 wt% では表面に僅かに検出されたものの内部への  
 拡散は見られなかった。0.01wt% 以下では全く検  
 出されなかった。

シリコンウエハーにアルカリ金属、アルカリ土類  
 金属あるいはPbなどの遷移金属が入ると、シリコ  
 ン中に不純物欠陥を形成するため好ましくない。  
 その内、特にNa, Kは微量でも不純物欠陥を形  
 成するため、特に好ましくない。

#### 実験例 3

実験例 1 の試料No 1 のガラスを用い、熱電対WR  
 -1を接合し、ガラス接合時に雰囲気を減圧にした  
 場合(0.1torr)と減圧にしない場合の各試料を  
 作成し、それぞれについて室温と700℃との間で  
 昇降温を行い、容器内を圧力変化させた時の温度  
 変化を測定した。減圧にしない場合ガラス中に気  
 泡が多く残留した。試験の結果、減圧にしない場



第 2 表

| No | 穴の長さ<br>L (mm) | L/d (%) | $\Delta T$ | 備 考      |
|----|----------------|---------|------------|----------|
| 1  | 20.0           | 100     | < 1        | 実質的に貫通   |
| 2  | 15.0           | 75      | < 1        |          |
| 3  | 10.0           | 50      | < 1        |          |
| 4  | 5.0            | 25      | < 1        |          |
| 5  | 2.0            | 10      | < 1        |          |
| 6  | 1.0            | 5       | 2          |          |
| 7  | 0.5            | 2.5     | 3          |          |
| 8  | 0              | 0       | 12         | 表面にガラス接合 |

合は、180 回目で8℃の温度変化を生じた。試験後、接合ガラスにクラックが発生していた。減圧にした場合は200 回以上温度変化は無かった。

#### 実験例4

実験例1の試料No1のガラスを用い、窒化珪素製円盤状セラミックスヒーター2の厚みdを20mmとし、接合用孔20の径を3.0 mmとし、熱電対として実験例1のWR-1を使用した。そして、熱電対の先端部分と接合用孔とを上記のガラスにより接合し、 $1 \times 10^{-5}$  torrの真空容器内で、熱電対の測定温度で制御し、セラミックスヒーターを700℃まで加熱した。

一方、透明な石英窓を容器に設け、赤外線放射温度計でウエハー加熱面での温度を測定し、熱電対による測定温度と赤外線放射温度計による測定温度との偏差 $\Delta T$ を得た。結果を第2表に示す。

第2表から解るように、熱電対を接合用孔内に挿入してガラス接合することが好ましく、更にL/dを10%以上とすることが好ましい。

(発明の効果)

本発明に係る非金属無機質部材の温度測定装置及びその製造方法によれば、熱電対の少なくとも熱接点をガラス接合層によって被覆しているので、容器の内部の圧力が変化してもガラスの気密性が

ら熱接点の周囲の環境は変化せず、従って常に安定した温度測定が可能である。

また、本発明に係る加熱装置によれば、上記の効果に加え、非金属無機質ヒーターの温度を安定して測定できることにより、容器内の圧力が大きく変化しても、非金属無機質ヒーターの温度を正確に制御することができる。

#### 4. 図面の簡単な説明

第1図は非金属無機質ヒーターを容器内に設置した状態を示す概略断面図、

第2図、第3図、第4図はそれぞれ熱電対とセラミックスヒーターとの接合部周辺を示す拡大断面図である。

2…円盤状非金属無機質ヒーター

7…抵抗発熱体

9…フランジ

12…ヒーター背面

13…ガラス接合層

14…絶縁管

14a…貫通孔

15…(+)側の金属線

16…(-)側の金属線

17…ハーメチックシール

18…線状導体

19…熱電対

20…接合用孔

20a…接合用孔の底部 24…熱接点

d…セラミックスヒーターの厚み

L…接合用孔の深さ

特許出願人 日本碍子株式会社

代理人 弁理士 杉 村 曉 秀

同 弁理士 杉 村 興 作

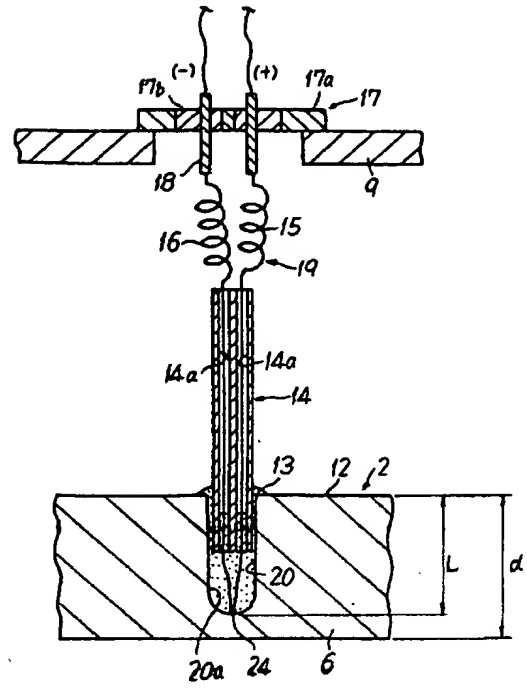
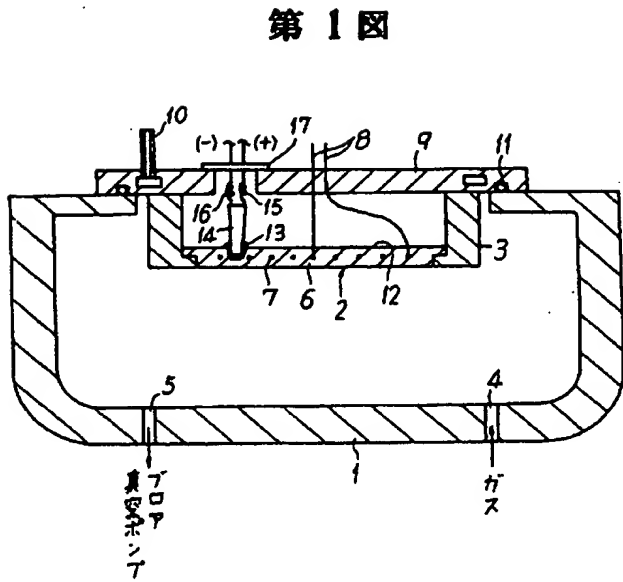
同 弁理士 佐 藤 安 徳

同 弁理士 富 田 典

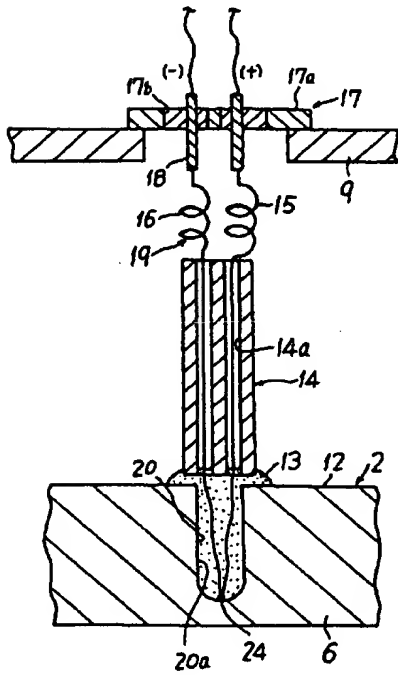
同 弁理士 梅 本 政 夫

同 弁理士 仁 平 孝

第 2 図



第 3 図



第 4 図

